

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

AlMgMn alloy product for welded construction with improved corrosion resistance

Patent Number: ☐ US5908518

Publication date: 1999-06-01

Inventor(s): HOFFMANN JEAN-LUC (FR); SCHMIDT MARTIN PETER (FR)

Applicant(s):: PECHINEY RHENALU (FR)

Requested Patent: ☐ EP0823489, B1

Application Number: US19970899691 19970725

Priority Number (s): FR19960010085 19960806

IPC Classification: B32B15/20 ; C22C21/08 ; C22F1/04

EC Classification: C22C21/06, C22C21/08, C22F1/047

Equivalents: AU3320197, AU709909, DE69703420D, ☐ DE823489T, ES2152073T, ☐ FR2752244, ☐ JP10088270

Abstract

The invention relates to a rolled or extruded AlMgMn aluminum alloy product for welded mechanical construction with the composition (% by weight): 3.0

Data supplied from the esp@cenet database - I2

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 823 489 A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
11.02.1998 Bulletin 1998/07

(51) Int Cl.⁶: **C22C 21/08**, C22C 21/06,
C22F 1/047

(21) Numéro de dépôt: **97420125.3**

(22) Date de dépôt: **23.07.1997**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC
NL PT SE**

(30) Priorité: **06.08.1996 FR 9610085**

(71) Demandeur: **PECHINEY RHENALU
92400 Courbevoie (FR)**

(72) Inventeurs:

- Hoffmann, Jean-Luc
38430 Moirans (FR)
- Schmidt, Martin Peter
38140 La Murette (FR)

(74) Mandataire: **Mougeot, Jean-Claude et al
PECHINEY
28, rue de Bonnel
69433 Lyon Cedex 03 (FR)**

(54) **Produit pour construction soudée en alliage AlMgMn à tenue à la corrosion améliorée**

(57) L'invention concerne un produit laminé ou filé en alliage d'aluminium AlMgMn pour construction mécanique soudée de composition (% en poids):

3,0 < Mg < 6,5 0,2 < Mn < 1,0 Fe < 0,8
0,05 < Si < 0,6 Zn < 1,3 éventuellement Cr
< 0,15 et/ou un ou plusieurs des éléments Cu, Ti, Ag,
Zr, V, à une teneur < 0,30 chacun, autres éléments et
impuretés inévitables < 0,05 chacun et < 0,15 au total,

dans lequel le nombre de particules Mg₂Si de taille comprise entre 0,5 et 5 µm est compris entre 150 et 2000 par mm², et préférentiellement compris entre 300 et 1500 par mm².

Les produits selon l'invention présentent une bonne résistance à la corrosion et sont utilisés pour des applications structurales comme par exemple les bateaux, les constructions offshore ou les véhicules industriels

EP 0 823 489 A1

Description

Domaine technique

L'invention concerne le domaine des produits laminés ou filés, tels que tôles, bandes, tubes, barres, fils ou profilés, en alliage d'aluminium du type AlMgMn à Mg > 3 % en poids, destinés à des constructions soudées nécessitant, en plus d'une limite élastique élevée, d'une bonne résistance à la fatigue et d'une bonne tenacité, une bonne résistance à la corrosion pour des applications structurales, comme par exemple, les bateaux, les constructions offshore ou les véhicules industriels.

Etat de la technique

Il est bien connu que l'utilisation des alliages AlMg de la série 5000 selon la nomenclature de l'Aluminum Association à l'état écroui (état H selon NF EN 515), soit totalement écroui (état H1), soit partiellement adouci (état H2) ou stabilisé (état H3), permet d'obtenir de bonnes caractéristiques mécaniques et une bonne tenue à la corrosion. A titre d'exemple, les alliages 5083 et 5086 sont largement utilisés dans le domaine de la construction mécanique, soudée ou non, pour des applications qui exigent une tenue à la corrosion correcte.

Toutefois, après soudage, la zone affectée thermiquement autour du joint de soudure se trouve à l'état recuit (état O), avec des caractéristiques mécaniques moindres, ce qui ne permet pas d'exploiter pleinement, dans des constructions soudées, les caractéristiques mécaniques du matériau. En effet, les organismes de certification et de contrôle recommandent généralement de ne tenir compte que des caractéristiques mécaniques à l'état O pour le dimensionnement d'une structure.

Il est bien connu que l'utilisation d'alliages plus chargés en magnésium et en manganèse permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques à l'état O. Toutefois, ceci se fait en général au détriment de la tenue à la corrosion et à la fatigue, et augmente la vitesse de propagation des fissures.

C'est pour cette raison qu'il existe dans la norme NF EN 515 un état métallurgique spécifique (H116) pour les alliages de la série 5000 contenant au moins 4 % de magnésium, auquel s'attachent des limites de caractéristiques mécaniques et une résistance à la corrosion exfoliante spécifiés.

C'est encore pour cette raison que certains codes de conception de constructions mécaniques limitent l'usage des alliages de la série 5000 contenant plus de 4 % de magnésium dans un environnement corrosif, si la température de la pièce en service risque de dépasser une température spécifiée entre 65 et 80 °C. En effet, il est bien connu que ces alliages sont susceptibles d'une sensibilisation thermique à la corrosion, un effet cumulatif qui se manifeste par la précipitation intergranulaire de Al_3Mg_2 , diminuant ainsi la cohésion des grains. Il est lié au fait qu'à partir d'une teneur en magnésium supérieure à 3 %, une fraction significative du magnésium se trouve en solution sursaturée et peut précipiter lors du réchauffage du métal corroyé (voir: D. Altenpohl, « Aluminium und Aluminiumlegierungen », Berlin / Göttingen 1965, pp. 654 et 675). Cet effet connu depuis longtemps apparaît comme inévitable et limite finalement, par l'intermédiaire de la teneur en magnésium, les caractéristiques mécaniques des produits corroyés en alliages AlMgMn pour construction mécanique et plus particulièrement pour construction mécanique soudée. On considère pour cette raison que les alliages de corroyage AlMg et AlMgMn avec une teneur en magnésium supérieure à 5,6 % ne présentent aucun intérêt (cf: Aluminiumtaschenbuch, 14ème édition, Düsseldorf 1983, p. 44).

Pour améliorer les caractéristiques mécaniques, les travaux de recherche se sont surtout concentrés sur deux aspects: la conduite de l'opération de soudage elle-même, afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques du joint soudé, et en particulier sa résistance à la fatigue; et les traitements thermomécaniques, afin d'améliorer la tenue à la corrosion de la pièce. Toutefois, il existe une limite pratique à ces tentatives d'améliorer les alliages AlMgMn, car tout progrès dans ce domaine ne peut s'imposer dans la pratique industrielle qu'à la condition d'éviter des traitements thermomécaniques coûteux et complexes, et de conduire à une gamme de fabrication assurant une production fiable. Cette dernière condition signifie qu'une petite variation d'un paramètre de production, par exemple la température du métal en sortie du laminage à chaud, ne doit pas engendrer une importante variation sur les propriétés du produit final.

C'est ainsi que les demandes de brevet japonais JP 06-212373 et JP 06-93365, concernant des alliages AlMgMn transformés selon des gammes complexes et difficiles à fiabiliser, ne répondent pas à l'objectif.

De même, la demande de brevet européen EP 0385257 (Sumitomo Light Metal Industries Ltd) revendique l'application d'une méthode de traitement thermomécanique complexe et peu fiable à un alliage contenant, entre autres, de 4,0 à 6,0 % de magnésium et de 0,1 à 1,0 % de manganèse. L'application visée n'est pas celle de la construction mécanique, mais celle du couvercle pour boîtes: les caractéristiques techniques (notamment la résistance à la corrosion par piqûres) de ce produit se comparent favorablement à celles des produits connus pour cette application, mais ne répondent pas aux exigences de la construction mécanique soudée.

La demande de brevet allemand DE 2443443 (Siemens AG) revendique un composant de machine en alliage d'aluminium soudable, contenant, entre autres, 3,5 à 4,9 % de Mg et 0,5 à 1,5 % de Mn. Aucune information n'est

donnée sur les caractéristiques mécaniques ou sur la résistance à la corrosion de ce produit.

La demande de brevet européen EP 0507411 (Hoogovens Aluminium) décrit l'application d'une gamme de traitement thermomécanique complexe à un alliage AlMgMn contenant, entre autres, 0,8 à 5,6 % de Mg, jusqu'à 1 % de Mn et certains autres éléments tels que Fe, Ni Co, Cu, Cr et Zn. Le produit ainsi obtenu est caractérisé par une bonne aptitude à la mise en forme, notamment un bon allongement à la rupture, et l'absence de lignes de Lüders. Il ne répond pas aux besoins de construction soudée résistant à la corrosion.

Le brevet européen EP 0015799 (Ateliers et Chantiers de Bretagne) divulgue un alliage soudable contenant entre autres 3,5 à 4,5 % de magnésium et 0,2 à 0,7 % de manganèse pour la fabrication de tubes pour application cryogénique. Cette application ne pose pas le problème de la sensibilisation thermique à la corrosion, et le document ne mentionne ni les caractéristiques mécaniques ni les autres propriétés d'usage du produit.

Le brevet américain US 4043840 (Swiss Aluminium Ltd) décrit un alliage AlMg sans manganèse, contenant entre autres 2,0 à 6,0 % de magnésium et 0,03 à 0,20 % de vanadium. Le vanadium diminue la conductivité électrique intrinsèque du métal et augmente la résistance de contact de la tôle, la rendant ainsi particulièrement apte au soudage par points. Le produit est destiné aux renforts de carrosserie d'automobiles; les caractéristiques pertinentes pour application structurale ne sont pas décrites.

Finalement, le brevet américain US 3502448 (Aluminum Company of America) décrit un alliage contenant, entre autres, 4 à 5,5 % de magnésium, 0,2 à 0,7 % de manganèse, qui conduit, moyennant un laminage à froid, à des tôles et bandes minces aptes à la fabrication de couvercles de boîte boisson, condition que la relation entre les teneurs en Mg et Mn soit conforme à une certaine relation algébrique. Ce brevet ne concerne pas non plus le domaine de la construction mécanique soudée.

Récemment, la demanderesse, dans deux demandes de brevet français, a présenté une nouvelle approche à l'amélioration des produits AlMgMn pour applications structurales, basée sur le développement de nouvelles compositions de l'alliage.

La demande de brevet français 95-12065 concerne une composition particulière d'alliage, enregistrée ultérieurement à l'Aluminum Association sous la désignation 5383, contenant entre autres de 3 à 5 % de magnésium et de 0,5 à 1 % de manganèse, dans laquelle la somme des teneurs (en % en poids) Mn + 2Zn est > 0,75. Cette composition permet d'obtenir des produits laminés ou filés présentant une résistance à la fatigue significativement meilleure et une vitesse de propagation de fissure significativement plus petite que les produits connus destinés à la même application. Toutefois, la demande de brevet citée ne donne aucune indication sur la résistance à la corrosion du produit. L'alliage a été présenté dans une communication intitulée « New Aluminium Products for High-Speed Light Crafts » de G.M. RAYNAUD au Second International Forum on Aluminium Ships à Melbourne les 22-23 novembre 1995.

La demande de brevet français 95-12466 revendique une composition très étroite, à l'intérieur des fourchettes de composition des alliages 5083 et 5086, contenant entre autres 4,3 à 4,8 % de magnésium et moins de 0,5 % de manganèse, permettant d'obtenir de bonnes caractéristiques lors de grandes déformations. Cette demande ne mentionne pas non plus la tenue à la corrosion.

Le problème auquel essaye de répondre la présente invention est donc de proposer des produits laminés, filés ou étirés en alliage AlMgMn ayant, après soudage, une tenue à la corrosion améliorée et une meilleure résistance à l'effet sensibilisant d'une exposition à la température, tout en gardant de bonnes caractéristiques mécaniques après soudage, une bonne tenue à la fatigue et pouvant être élaborés au moindre coût.

Objet de l'invention

La demanderesse a trouvé que les alliages AlMgMn peuvent être rendus plus résistants à l'effet sensibilisant d'une exposition la température lorsqu'ils présentent une microstructure particulière et bien définie, qui résulte d'un ensemble de paramètres du procédé de fabrication.

L'invention a ainsi pour objet un produit en alliage AlMgMn pour construction mécanique soudée de composition (% en poids):

3,0 < Mg < 6,5 0,2 < Mn < 1,0 Fe < 0,8 0,05 < Si < 0,6 Zn < 1,3

éventuellement Cr à une teneur < 0,15 et/ou un ou plusieurs des éléments Cu, Ti, Ag, Zr, V, à une teneur < 0,3 chacun, les autres éléments étant < 0,05 chacun et < 0,15 au total, dans lequel le nombre de particules de Mg₂Si de taille comprise entre 0,5 et 5 µm est compris entre 150 et 2000 par mm², et, de préférence, entre 300 et 1500 par mm².

Description de l'invention

La demanderesse a trouvé de manière surprenante que pour l'obtention des propriétés visées, la microstructure a une influence prépondérante. Plus particulièrement, dans le domaine de forte teneur en magnésium, c'est-à-dire au-dessus de 5% environ, la sensibilité thermique du matériau à la corrosion se trouve considérablement réduite. Cette meilleure résistance à la corrosion permet d'incorporer davantage de magnésium pour atteindre des caractéristiques

mécaniques équivalentes à celles des alliages AlMgMn connus mais inaptes à l'usage en milieu corrosif.

De façon plus précise, il existe quatre types de phases qui influent sur les propriétés visées: les phases eutectiques Mg_2Si , les phases eutectiques $AlFeMnSi$, les phases eutectiques $Al_6(Mn,Fe)$ et $AlFeCr$, et les dispersoïdes au manganèse, de taille nettement sous-micronique, qui se trouvent dans le grain.

La microstructure particulière selon l'invention est caractérisée par une distribution nouvelle en taille et quantité de ces phases connues. Cette microstructure a été caractérisée de la manière suivante, bien connue en micrographie. On prépare une coupe polie du métal et on l'observe par microscopie optique ou microscopie électronique à balayage. La microscopie optique permet aisément d'identifier les phases Mg_2Si par rapport aux autres phases présentes. La microscopie électronique à balayage se prête mieux à la caractérisation des phases de taille inférieure à $0,5 \mu m$: en utilisant le mode électrons rétrodiffusés, elle permet également de distinguer les phases Mg_2Si .

Pour déterminer la taille des particules, on évalue, par analyse numérique des micrographies, leur aire A à partir de laquelle on calcule le paramètre de taille d selon la formule $d = \sqrt{4A/\pi}$. C'est ce paramètre qu'on désignera par la suite par taille des particules.

Il est bien connu que les phases Mg_2Si contiennent la plus grande partie du silicium présent dans ces alliages, et que ces phases sont, en particulier dans les alliages dépassant 3 à 4 % de Mg, pratiquement insolubles (voir L.F. Mondolfo, « Aluminium Alloys, Structure and Properties », London 1976, p. 807). Par conséquent, leur nombre et leur taille sont déterminés lors de la coulée et n'évoluent pratiquement pas au cours du traitement thermomécanique du produit, à condition que l'on n'atteigne pas la température de fusion (brûlure) de ces phases qui constituent l'eutectique le plus fusible. La teneur en silicium correspond au niveau d'impureté du métal de base.

La demanderesse a trouvé que l'augmentation du nombre de petites particules Mg_2Si (taille de $0,5$ à $5 \mu m$) entraîne une amélioration inattendue de la tenue à la corrosion, aussi bien des structures soudées que des tôles brutes. Cet effet est particulièrement marqué lorsque le nombre de particules Mg_2Si est compris entre 150 et 2000 particules / mm^2 et, de préférence, entre 300 et 1500 par mm^2 . Au-dessus de 2000 particules par mm^2 , on n'observe pas d'effet supplémentaire sur la tenue à la corrosion; dans certains cas, on observe même une baisse de la limite élastique après soudage. Par ailleurs, elle a trouvé qu'en diminuant la taille des particules Mg_2Si , on améliore la tenue à la fatigue des joints soudés. Ainsi le nombre des « grosses » particules (de taille $> 5 \mu m$) ne doit représenter qu'une part réduite de l'ensemble des particules (de taille $> 0,5 \mu m$), typiquement moins de 25%, et, de préférence, moins de 20%. Enfin, la fraction surfacique des particules Mg_2Si mesurée également par analyse d'image à partir de microscopie optique, doit être inférieure à 1%, et, de préférence, à 0,8%.

Il est bien connu que les phases eutectiques $AlFeMnSi$, $Al_6(Mn,Fe)$ et $AlFeCr$ (de taille $> 0,5 \mu m$) contiennent une partie du Mn, Si et Cr présent dans l'alliage et ne participent pas au durcissement de l'alliage ni à sa tenue à la corrosion. Elles piègent une partie du Mn, du Cr et du Si. Il est connu que ces phases sont insolubles et leurs taille, nombre et morphologie sont déterminés lors de la coulée.

La demanderesse a trouvé qu'en diminuant la taille et le nombre de ces phases, on améliore la tenue à la fatigue et les caractéristiques mécaniques du métal. Le nombre des particules de ce type de taille $> 0,5 \mu m$, doit être inférieur à 5000 par mm^2 , et, de préférence, à 2500 par mm^2 . La fraction surfacique des particules de taille $> 0,5 \mu m$ doit être $< 3\%$, et, de préférence à 2% , sachant que le nombre des grosses particules de taille supérieure à $5 \mu m$ ne doit pas représenter plus de 25% (préférentiellement 20%) de l'ensemble des particules de taille $> 0,5 \mu m$. De plus, une diminution de la fraction volumique de ces phases eutectiques entraîne une amélioration de la tenue à la corrosion.

Il est bien connu que les dispersoïdes (Al, Mn, Fe, Cu) de taille inférieure à $0,2 \mu m$ améliorent les caractéristiques mécaniques du produit, et en particulier la limite élastique du joint soudé. La demanderesse a observé un fort effet de la fraction de dispersoïdes sur la tenue à la corrosion: l'effet sensibilisant d'une exposition à la température est fortement réduit quand la fraction surfacique de dispersoïdes dépasse 0,5 %, et préférentiellement 1%.

L'invention peut s'appliquer à un domaine de composition assez vaste, et les limites de composition retenues s'expliquent de la façon suivante:

Il est bien connu que le magnésium assure une bonne résistance mécanique. Au-dessous de 3,5 %, et plus particulièrement au-dessous de 3,0 %, l'alliage ne connaît en général pas de problème de corrosion et la présente invention ne présente que peu d'intérêt. Au-dessus de 6,5 %, le problème de la sensibilisation thermique à la corrosion devient tellement fort que même la mise en oeuvre de la présente invention ne permet plus d'obtenir des produits utilisables en milieu corrosif.

Le manganèse améliore la résistance à la traction et diminue la tendance du métal à recristalliser, ce qui est connu de l'homme du métier. Au-dessous de 0,2 %, la présente invention est sans intérêt industriel car la résistance à la traction est trop faible. Au-delà de 1 %, l'allongement à rupture, la tenacité et la résistance à la fatigue deviennent trop faibles pour les applications visées.

Le zinc, en présence du manganèse, améliore la résistance à la rupture, mais au-delà de 0,5 à 0,7%, la demanderesse a observé, en étudiant le comportement à la corrosion, notamment en milieu marin, du joint soudé après vieillissement, quelques cas de défaillance. Pour les teneurs en zinc supérieures à 0,5%, il apparaît donc nécessaire de protéger le joint soudé du contact avec le milieu corrosif, par exemple par peinture ou métallisation. Il a été trouvé

que la présence de 0,2 à 0,3 % de zinc permet d'augmenter la teneur en magnésium sans augmenter la sensibilité thermique du matériau à la corrosion exfoliante.

Le cuivre et le chrome ont également un effet favorable à la limite élastique, mais la teneur en chrome doit impérativement être limitée à 0,15 % pour conserver une bonne résistance à la fatigue. La teneur en cuivre est strictement limitée à 0,30 % et ne devrait de façon préférentielle pas dépasser 0,18 % pour éviter l'apparition de piqûres de corrosion en milieu corrosif.

La teneur en fer n'a pas beaucoup d'influence dans le cadre de la présente invention; elle devrait être inférieure à 0,8 % pour éviter la formation de phases primaires lors de la coulée, alors que pour les hautes teneurs en manganèse, il est préférable qu'elle ne dépasse pas 0,4%.

La teneur en silicium doit être suffisante pour assurer la formation de phases au silicium telles que Mg_2Si , et au minimum 0,05 %, mais ne doit pas dépasser 0,6%. L'alliage peut contenir également, pour certaines applications, du titane, de l'argent, du zirconium ou du vanadium en quantité inférieure à 0,3%.

La demanderesse n'a pas pu constater une influence notable des autres impuretés limitées à 0,05% par élément, leur somme ne dépassant pas 0,15 %.

Un autre objet de l'invention concerne la fabrication de produits ayant la microstructure décrite précédemment sous forme de bandes larges laminées à chaud, de largeur supérieure à 2500 mm, préférentiellement de largeur supérieure à 3300 mm. Une telle largeur implique que l'on renonce au laminage à froid, car les laminoirs à froid ne sont pas conçus pour permettre le laminage à une telle largeur. Ceci veut dire qu'on obtient la bande ou la tôle présentant l'ensemble des caractéristiques décrites directement par laminage à chaud, ce qui est possible avec l'invention.

L'utilisation des produits ainsi obtenus pour la construction mécanique, soudée de préférence, comme par exemple la construction navale, la construction offshore ou la construction de véhicules industriels, constitue un autre objet de la présente invention.

Les produits selon l'invention présentent une limite élastique après soudage élevée, qui dépend bien sûr de la teneur en Mg, et qui est supérieure (en MPa) à $40 + 20 \times \%Mg$. La résistance à la fatigue après soudage, mesurée en flexion plane avec $R = 0,1$, est supérieure à 140 MPa à 10^7 cycles. La déformation à la découpe des tôles, mesurée à l'état H22 après planage et traction, est inférieure à 3 mm; sans traction, c'est-à-dire uniquement après planage, elle est inférieure à 5 mm.

Exemples

On a élaboré par coulée semi-continue verticale des plaques de taille industrielle en 4 alliages de composition indiquée au tableau 1.

Tableau 1

n°	Mg	Si	Fe	Mn	Cr
1	5,2	0,10	0,18	0,80	0,12
2	4,4	0,15	0,25	0,50	0,10
3	4,0	0,20	0,27	0,30	0,05
4	4,7	0,04	0,12	0,60	0,10

Les paramètres de coulée pour 10 exemples sont indiqués au tableau 2

Tableau 2

ex.	Température de coulée en °C	Vitesse de coulée en mm/mn	Affinage utilisé en kg/t d'affinant AT5B
1	695	50	1
2	685	42	1,5
3	675	30	2
4	695	50	1
5	685	42	1,5
6	675	30	2
7	695	50	1

Tableau 2 (suite)

ex.	Température de coulée en °C	Vitesse de coulée en mm/mn	Affinage utilisé en kg/t d'affinant AT5B
8	685	42	1,5
9	675	30	2
10	695	50	1

L'homogénéisation des plaques a été effectuée comme suit:

Pour les exemples 1, 2, 4, 5, 7, 8 et 10:

- Montée avec une vitesse de 30 °C / h jusqu'à 440 °C,
- Maintien pendant 5 h à 440 °C,
- Montée à une vitesse de 20 °C / h jusqu'à 510 °C,
- Maintien pendant 2 h à 510 °C
- descente à une vitesse de 20 °C / h jusqu'à 490 °C,
- puis laminage à chaud.

Pour les exemples 3, 6 et 9:

- Montée avec une vitesse de 30 °C / h jusqu'à 535 °C,
- Maintien pendant 12 h à 535 °C,
- descente à une vitesse de 20 °C / h jusqu'à 490 °C,
- puis laminage à chaud.

Les exemples 1 et 2, conformes à l'invention, et l'exemple 3 (résultant en une microstructure hors invention) correspondent à la composition 1.

Les exemples 4 et 5, conformes à l'invention, et l'exemple 6 (résultant en une microstructure hors invention) correspondent à la composition 2.

Les exemples 7 et 8, conformes à l'invention, et l'exemple 9 (résultant en une microstructure hors invention) correspondent à la composition 3.

L'exemple 10 (résultant en une microstructure hors invention) correspond à la composition 4 qui se situe en dehors du champ de l'invention.

Après un réchauffage pendant 20 h à une température supérieure à 500 °C, les plaques ont été laminées à chaud jusqu'à une épaisseur finale de 14 mm.

Les échantillons de tôles laminées ont été caractérisés par des techniques connues de l'homme du métier. On a mesuré sur ces tôles la résistance à la rupture R_m et la limite élastique $R_{0,2}$. Ces mesures permettent d'évaluer globalement un premier aspect de l'aptitude du produit à l'usage prévu, la présente invention ne portant toutefois pas sur une amélioration des caractéristiques mécaniques statiques.

Selon la méthode exposée plus haut, on a mesuré, par analyse d'images, le nombre, la fraction surfacique et la répartition de la taille de précipités eutectiques Mg_2Si et $AlFeMnSi$. Pour la caractérisation après soudage, des échantillons ont été préparés par une société de chantier naval par soudage MIG bout à bout continu automatique, avec un chanfrein symétrique de pente 45 ° par rapport à la verticale sur une épaisseur de 6 mm, avec fil d'apport en alliage 5183. Le soudage a été réalisé parallèle au sens du laminage.

La résistance à la corrosion a été mesurée par perte de poids après immersion et par mesure de la profondeur de corrosion intergranulaire. L'immersion a été effectuée dans le bain « inter-acide » décrit dans le Journal Officiel de la Communauté Européenne du 13 septembre 1974 (n° C 10484). Il s'agit d'une immersion pendant 24 heures dans un bain composé de NaCl (30 g/l), HCl (5 g/l) et d'eau distillée, à une température de 23 °C \pm 0.5 °C, le volume de liquide étant supérieur à 10 ml par cm² de surface d'échantillon. Avant l'immersion, les échantillons ont été soumis à une sensibilisation thermique par chauffage à 100 °C pendant une durée variable entre 1 et 30 jours.

La déformation à la découpe a été mesurée de la façon suivante:

A partir d'une tôle de largeur de 2000 mm et de longueur de 2500 mm à l'état H22, on découpe par sciage au milieu parallèle à sa longueur, une bande de largeur 130 mm. Cette bande est posée sur un marbre, et on mesure la déformation des extrémités relevées exprimée par l'écart entre le bord de la bande et la surface du marbre.

Le tableau 3 indique la microstructure observée, et le tableau 4 rassemble les résultats des autres caractérisations effectuées.

Tableau 3

ex.	nombre phases Mg ₂ Si de 0.5-5 µm	% phases Mg ₂ Si de taille > 5 µm	fraction surfac. Mg ₂ Si %	nb.part. AlFeMn CrSi 0.5-5 µm	% part. AlFeMn CrSi 0.5-5 µm	fr. surf. AlFeMn CrSi %	fr. surf. dispersoïdes %
1	416	16	0.24	1510	18	1,8	1,6
2	222	21	0.21	2088	20	2,3	1,4
3	140	28	0.19	2800	32	2,8	1,0
4	812	14	0.53	1422	15	1,7	1,0
5	548	20	0.46	1950	17	2,3	0,9
6	152	30	0.40	2002	28	2,5	0,5
7	1024	10	0.76	859	15	0,8	0,7
8	408	18	0.68	1035	18	1,0	0,6
9	160	38	0.62	1264	22	1,2	0,2
10	145	10	0.09	1390	17	1,8	1,2

Tableau 4

ex.	Profondeur de piquûration après une sensibilisation de 10 jours à 120 °C	Profondeur de piquûration après une sensibilisation de 40 jours à 120 °C	Limite élastique du joint soudé MPa
1	135	250	155
2	170	280	152
3	400	650	145
4	110	200	137
5	160	240	135
6	320	540	130
7	80	150	125
8	150	220	120
9	280	450	118
10	400	680	145

On constate que les exemples 1, 2, 4, 5, 7 et 8 se distinguent par une profondeur de piquûration particulièrement faible par rapport aux exemples 3, 6 et 9 correspondant à l'art antérieur, et par rapport et à l'exemple 10, qui, lui, donne le mauvais résultat que l'on attend pour un alliage AlMgMn à forte teneur en magnésium élaboré selon l'art antérieur.

La limite élastique du joint soudé est très bonne pour les exemples 1, 2, 3 et 10, et assez bonne pour les exemples 7, 8 et 9, moins riches en magnésium. Toutefois, l'exemple 10 est inutilisable à cause de sa faible résistance à la corrosion. En revanche, la très bonne résistance de la tôle de l'exemple 7 peut lui permettre des applications en construction soudée destinée à un environnement très corrosif et constitue une amélioration par rapport à l'art antérieur représenté par l'exemple 9.

D'une façon surprenante, le meilleur compromis entre la limite élastique du joint soudé et la résistance à la corrosion est obtenu pour la composition 1, la plus riche en magnésium, à condition que la microstructure spécifique soit obtenue (exemples 1 et 2). Même pour la composition 2, correspondant à l'alliage 5083 traditionnellement employé dans ce domaine, on note une amélioration notable de la tenue à la corrosion associée à la microstructure spécifique (exemples 4 et 5).

Pour quelques échantillons, la déformation à la découpe de tôles à l'état H22 (désignation selon EN 515) a été évaluée.

Tableau 5

ex.	Déformation à la découpe après planage sur rouleau, en mm	Déformation à la découpe après planage sur rouleau et traction, en mm
6	5,0	3,0
4	1,5	0,5
5	2,5	1,0

Revendications

- Produit en alliage d'aluminium AlMgMn pour construction mécanique soudée de composition (% en poids):
 $3,0 < \text{Mg} < 6,5$, $0,2 < \text{Mn} < 1,0$, $\text{Fe} < 0,8$, $0,05 < \text{Si} < 0,6$, $\text{Zn} < 1,3$
éventuellement $\text{Cr} < 0,15$ et/ou un ou plusieurs des éléments Cu, Ti, Ag, Zr, V, avec une teneur $< 0,30$ chacun, autres éléments et impuretés inévitables $< 0,05$ chacun et $< 0,15$ au total, caractérisé en ce que le nombre de particules Mg_2Si de taille comprise entre $0,5 \mu\text{m}$ et $5 \mu\text{m}$ est compris entre 150 et 2000 par mm^2 , et préférentiellement compris entre 300 et 1500 par mm^2 .
- Produit selon revendication 1, caractérisé en ce que le nombre de particules Mg_2Si de taille supérieure à $5 \mu\text{m}$ est inférieur à 25%, et préférentiellement inférieur à 20%, du nombre de l'ensemble des particules Mg_2Si de taille supérieure à $0,5 \mu\text{m}$
- Produit selon revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que la fraction surfacique des particules Mg_2Si est $< 1 \%$, et préférentiellement $< 0,8 \%$.
- Produit selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le nombre des particules AlFeMnSi , $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$ et AlFeCr de taille supérieure à $0,5 \mu\text{m}$ est inférieur à 5000 par mm^2 , et préférentiellement inférieur à 2500 par mm^2 .
- Produit selon revendication 4, caractérisé en ce que la fraction surfacique des phases AlFeMnSi , $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$ et AlFeCr de taille supérieure à $0,5 \mu\text{m}$ est inférieure à 3 % et préférentiellement inférieure à 2,5 %.
- Produit selon revendication 4 ou 5, caractérisé en ce que le nombre par mm^2 des phases AlFeMnSi , $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$ et AlFeCr de taille supérieure à $5 \mu\text{m}$ représente moins de 25 % et préférentiellement moins de 20 % de l'ensemble des phases de taille supérieure à $0,5 \mu\text{m}$.
- Produit selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la fraction surfacique des dispersoïdes de taille inférieure à $0,2 \mu\text{m}$ est supérieure à 0,5 %, et préférentiellement supérieure à 1,0 %
- Produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la profondeur de corrosion intergranulaire après test « interacide », sur des tôles vieilles pendant 10 jours à 120°C , est inférieure à $400 \mu\text{m}$, et préférentiellement inférieure à $200 \mu\text{m}$.
- Produit selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'il présente une limite élastique après soudage, exprimée en MPa, supérieure à $(40 + 20 \times \% \text{Mg})$.
- Tôle selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que la déformation à la découpe, mesurée à l'état H22 après planage et traction, est inférieure à 3 mm.
- Tôle selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que la déformation à la découpe, mesurée à l'état H22 après planage, est inférieure à 5 mm.
- Bande laminée à chaud en alliage d'aluminium Al - Mg - Mn de composition
 $3,0 < \text{Mg} < 6,5$, $0,2 < \text{Mn} < 1,0$, $\text{Fe} < 0,4$, $0,05 < \text{Si} < 0,6$, $\text{Zn} < 1,3$
éventuellement $\text{Cr} < 0,15$ et un ou plusieurs des éléments Cu, Ti, Ag, Zr, V, avec une teneur $< 0,30$ chacun, et autres éléments et impuretés inévitables $< 0,05$ chacun et $< 0,15$ au total,

EP 0 823 489 A1

de largeur d'au moins 2500 mm, préférentiellement d'au moins 3300 mm, caractérisée en ce que le nombre de particules Mg_2Si de taille comprise entre 0,5 μm et 5 μm , est compris entre 150 et 2000 par mm^2 , et préférentiellement compris entre 300 et 1500 par mm^2 .

- 5 13. Utilisation d'un produit selon l'une des revendications 1 à 12, avec une teneur en zinc inférieure ou égale à 0,5%, dans la construction navale.
14. Utilisation d'un produit selon l'une des revendications 1 à 12, avec une teneur en zinc supérieure à 0,5% et un revêtement protecteur des joints soudés, pour la construction navale.
- 10 15. Utilisation d'un produit selon l'une des revendications 1 à 12 pour la construction de véhicules industriels.

15

20

25

30

35

40

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 97 42 0125

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A	US 4 108 688 A (BROVERMAN IRWIN) 22 août 1978 * revendications 1,6,12 *	1,12	C22C21/08 C22C21/06 C22F1/047
A	US 5 244 516 A (KAWAGUCHI MASAHIRO) 14 septembre 1993 * revendication 1; tableau 1 *	1,12	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 249 (C-0948), 8 juin 1992 & JP 04 056744 A (SUMITOMO LIGHT METAL IND LTD), 24 février 1992, * abrégé *	1,12	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 544 (C-1004), 13 novembre 1992 & JP 04 202747 A (SKY ALUM CO LTD), 23 juillet 1992, * abrégé *	1,12	
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 016, no. 544 (C-1004), 13 novembre 1992 & JP 04 202748 A (SKY ALUM CO LTD), 23 juillet 1992, * abrégé *	1,12	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) C22C C22F
A	EP 0 506 100 A (SUMITOMO LIGHT METAL IND) 30 septembre 1992		
D,A	RAYNAUD G M: "NEW ALUMINIUM PRODUCTS FOR HIGH SPEED LIGHT CRAFTS" 20 septembre 1995, INTERNATIONAL FORUM ON ALUMINIUM SHIPS, PAGE(S) 1 - 18 XP000671311		
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Auteur de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 24 octobre 1997	Examineur Gregg, N
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique C : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EP 0 823 489 A1 (04/02)